

10/607.767. 09.22.03

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-157213

(43) 公開日 平成9年(1997)6月17日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C07C 57/07		2115-4H	C07C 57/07	
57/05		2115-4H	57/05	
57/055		2115-4H	57/055	A

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平7-316182

(22) 出願日 平成7年(1995)12月5日

(71) 出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 坂元 一彦

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 中原 整

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 武田 隆裕

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

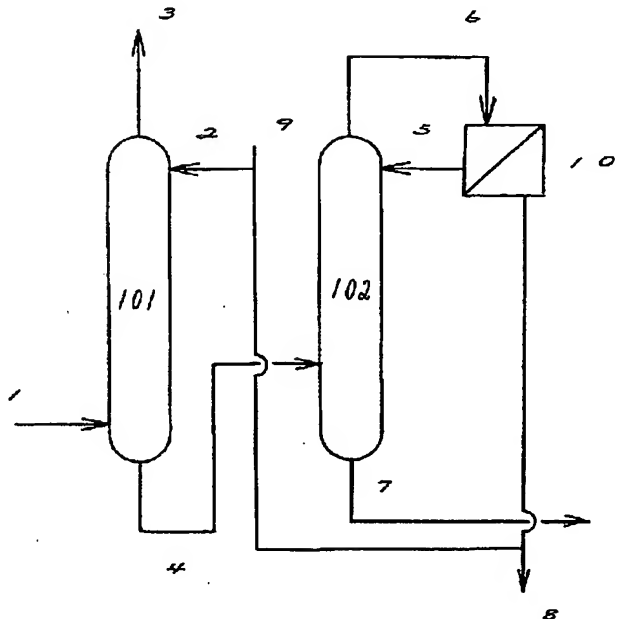
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アクリル酸の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、プロピレンおよび／またはアクロレインを分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化してアクリル酸を製造する方法に関するものである。

【解決手段】 本発明は、プロピレン等を接触気相酸化して得た混合ガスをアクリル酸捕集塔に導き、アクリル酸、酢酸および難水溶性の溶剤を含有する捕集液と接触させてアクリル酸水溶液とし、該アクリル酸水溶液を共沸分離塔に導いて難水溶性の溶剤を用いて蒸留し、塔底から実質的に酢酸、水および難水溶性の溶剤を含まないアクリル酸を得、一方塔頂から酢酸、アクリル酸、水および難水溶性の溶剤からなる混合物を留出させ、該留出混合物を貯槽において実質的に溶剤のみからなる有機相とアクリル酸、酢酸、溶剤および水からなる水相に分離し、該有機相は共沸分離塔に循環するものである。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 プロピレンおよび／またはアクロレインを分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化して得た混合ガスをアクリル酸捕集塔に導き、アクリル酸 0. 5 ～ 5. 0 重量%、酢酸 3. 0 ～ 10. 0 重量%および難水溶性の溶剤 0. 0 1 ～ 0. 5 重量%を含有する捕集液と接触させてアクリル酸水溶液とし、該アクリル酸水溶液を共沸分離塔に導いて難水溶性の溶剤を用いて蒸留し、塔底から実質的に酢酸、水および該難水溶性の溶剤を含まないアクリル酸を得、一方塔頂から酢酸、アクリル酸、水および該難水溶性の溶剤からなる混合物を留出させ、留出した該混合物を貯槽において実質的に溶剤のみからなる有機相と、アクリル酸、酢酸、難水溶性の溶剤および水からなる水相に分離し、該有機相は共沸分離塔に循環することを特徴とするアクリル酸の製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 において、貯槽で分離した該水相を捕集液としてアクリル酸捕集塔に循環する請求項 1 記載のアクリル酸の製造方法。

【請求項 3】 該難水溶性の溶剤が、炭素数 7 ～ 8 の脂肪族炭化水素、炭素数 7 ～ 8 の芳香族炭化水素および炭素数 2 ～ 6 のハロゲン化炭化水素よりなる群から選ばれた少なくとも 1 種の溶剤であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】 アクリル酸捕集塔に導かれる混合ガスが、アクリル酸 1 0 ～ 2 0 重量%、酢酸 0. 2 ～ 1. 0 重量%、水 5 ～ 1 5 重量%の範囲で含むものである請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】 共沸分離塔に導かれる該アクリル酸水溶液が、アクリル酸 5 0 ～ 8 0 重量%、酢酸 1 ～ 5 重量%、水 2 0 ～ 4 0 重量%の範囲内で含有しているアクリル酸である請求項 1 に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0 0 0 1】

【発明の属する利用分野】本発明は、プロピレンおよび／またはアクロレイン（以下、「プロピレン等」ということがある）を分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化してアクリル酸を製造する方法に関する。詳しくは、接触気相酸化して得た反応生成物から副生物、特に酢酸を効率よく分離してアクリル酸を高純度に製造する方法に関する。更に詳しくは上記生成物に特定水性液を加えてアクリル酸水溶液とし、これに更に共沸溶剤を加えて共沸現象により副生物を除去して高純度のアクリル酸を製造する方法に関する。

## 【0 0 0 2】

【従来の技術】プロピレン等を酸化触媒の存在下に分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化すると、目的物であるアクリル酸の他、酢酸等の副生物を含む混合ガスが反応生成物として得られる。従来、プロピレン等を分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化してアクリル酸を工業的に製造する方法においては、この接触気相酸化して得

た混合ガスをアクリル酸捕集塔に導いて水と接触させて冷却、吸収捕集し、アクリル酸と酢酸等の副生物を含む水溶液を得、この水溶液から蒸留法によりアクリル酸を分離、精製して製品を得ている。

【0 0 0 3】一般的技術としては、特開平 5 - 2 4 6 9 4 1 ではプロセスから得られる酢酸水溶液を循環してアクリル酸捕集塔の吸収水として用いている。しかし、この方法では共沸分離塔において水への溶解度が無視できない溶剤を用いている。このため共沸分離塔の留出水相から溶剤を回収する工程が必要であり、共沸分離塔と溶剤回収塔の 2 つの蒸留塔が必要となっている。更に循環使用するプロセス水は実質的にアクリル酸を含まずかつ溶剤を全く含んでおらず、アクリル酸捕集塔の捕集効率も十分であるとはいえないものである。

【0 0 0 4】また、特公昭 4 6 - 3 4 6 9 1 では共沸溶剤の 1 つにヘプタンが挙げられているが共沸分離塔の留出水相中のアクリル酸濃度は 0. 5 重量%以下であり、留出水相の循環使用についてはなんら記載されていない。更に塔底での酢酸と水の分離が十分ではなくアクリル酸製品とするには不十分である。

## 【0 0 0 5】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は前記従来技術の問題点に鑑み、接触気相酸化後の混合ガスから所定の濃度のアクリル酸、酢酸および難水溶性の溶剤を含有する液、好ましくは捕集液を用いて高効率でアクリル酸を捕集して、酢酸等の副生成物を含むアクリル酸水溶液を得、このアクリル酸水溶液に難水溶性の共沸溶剤を添加して共沸蒸留し、塔頂から共沸溶剤相および所定量のアクリル酸、酢酸、難水溶性の溶剤を含む水相を得、この水相をアクリル酸捕集塔の捕集液として循環使用すると共に、共沸分離塔の塔底からは実質的にアクリル酸のみが抜き出されるようなアクリル酸の製造方法を提供しようとするものである。

【0 0 0 6】本発明の他の目的は共沸分離塔の塔底から抜き出された液をそのままでもアクリル酸エステルの製造原料として用いることができ、また更に蒸留して高沸点不純物を除去しただけで十分高品質のアクリル酸製品が得られるようなアクリル酸の製造方法を提供することにある。

## 【0 0 0 7】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記問題点を解決するために種々研究を行なった結果、以下に示す方法を見出し発明を完成するに至った。すなわち、第 1 の発明は、プロピレンおよび／またはアクロレインを分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化して得た混合ガスをアクリル酸捕集塔に導き、アクリル酸、酢酸および難水溶性の溶剤を含有する捕集液と接触させてアクリル酸および酢酸等の副生成物を含むアクリル酸水溶液とし、該アクリル酸水溶液を共沸分離塔に導いて難水溶性の溶剤を用いて蒸留し、塔底から実質的に酢酸、水および難

水溶性の溶剤を含まないアクリル酸を得、一方塔頂から酢酸、アクリル酸、水および難水溶性の溶剤からなる混合物を留出させ、該留出混合物を貯槽において実質的に難水溶性の溶剤のみからなる有機相とアクリル酸、酢酸、難水溶性の溶剤および水からなる水相に分離し、該有機相は共沸分離塔に循環するものである。

【0008】第2の発明は、該留出混合物の貯槽における該水相はアクリル酸の捕集水としてアクリル酸捕集塔に循環する方法である。

【0009】本第1および第2の発明によるとプロピレンおよび／またはアクロレインを分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化して得た混合ガスをアクリル酸捕集塔に導いて高効率にアクリル酸を捕集することができ、また、捕集して得られるアクリル酸水溶液を共沸分離塔に導くことにより塔底より粗製のアクリル酸製品を得ることが可能になるものである。

【0010】

【発明の実施の形態】本第1および第2の発明の代表的な実施態様を図1に示すフローシートおよび幾つかの実施例に基づいて以下説明する。

【0011】まず第1の発明は、プロピレンおよび／またはアクロレインを酸化触媒の存在下に分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化して得たアクリル酸の他、酢酸等の副生物を含む混合ガスをライン1からアクリル酸捕集塔101に導き、ライン2からアクリル酸、酢酸および難水溶性の溶剤を含有するプロセス水を接触させてライン4からアクリル酸および酢酸等の副生物を含むアクリル酸水溶液を得る。アクリル酸を捕集した後の混合ガスはライン3より、酸化反応工程へリサイクルすると共に、その一部は燃焼工程を経て廃ガスとして排出される。

【0012】また、ライン4からのアクリル酸水溶液を共沸分離塔に導き、ライン5から難水溶性の溶剤を供給して共沸蒸留し、塔底からライン7を通じてアクリル酸を得、一方塔頂から酢酸、アクリル酸、水および溶剤からなる混合物を留出させ、該留出混合物をライン6により貯槽10に導き、該貯槽において実質的に溶剤のみからなる有機相とアクリル酸、酢酸、難水溶性の溶剤および水からなる水相に分離し、該有機相は共沸分離塔にライン5により循環するものである。なお、該貯槽10において、該留出混合物を0.5～2時間滞留させることが好ましいものである。

【0013】次に第2の発明は、該貯槽10における該水相はアクリル酸の捕集液としてライン2を通じてアクリル酸捕集塔101に循環するものである。また、該水相の一部はライン8より系外に排出されるものである。

【0014】さらに具体的に記載すると、該アクリル酸捕集塔に導かれる混合ガスは、通常プロピレンおよび／またはアクロレインを分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化して得た混合ガスを導入することができ、好まし

くは、該アクリル酸捕集塔に導かれる混合ガスが、アクリル酸10～20重量%、酢酸0.2～1.0重量%、水5～15重量%の範囲で含むものである。該混合ガスは、アクリル酸捕集塔において、アクリル酸水溶液として捕集される。

【0015】アクリル酸捕集塔101より得られる該アクリル酸水溶液は、通常行なわれているアクリル酸合成の生産条件の下ではアクリル酸50～80重量%、酢酸1～5重量%、水20～40重量%の範囲のものが一般的である。なお、これらの比率は、酸化反応器または該捕集塔の運転条件で変化するものである。

【0016】捕集塔における捕集液の組成は、アクリル酸0.5～5.0重量%、酢酸3.0～10.0重量%の範囲にする必要があり、かつ難水溶性の溶剤は0.01～0.2重量%の範囲内であることが好ましく、さらに好ましくはアクリル酸1.0～2.0重量%、酢酸4.0～8.0重量%、水5～15重量%である。この組成においてアクリル酸濃度が0.5重量%未満または酢酸濃度が3.0重量%未満の場合には、アクリル酸捕集塔における捕集率の向上が認められない。一方、アクリル酸濃度が5.0重量%を越えた場合、および／または酢酸濃度が10.0重量%を越えた場合には、共沸分離塔での重合が大幅に増大し装置の長期連続運転が困難になり、運転を継続しようとすれば多量の重合防止剤が必要となるので経済的ではない。また、アクリル酸捕集塔の塔頂温度は50～70℃範囲であることが好ましい。

【0017】捕集液は、予め上記の組成のものを調整し、ライン9より供給して使用することができるが、場合によっては、該貯槽10における該水相はアクリル酸の捕集液としてライン2を通じてアクリル酸捕集塔101に循環し使用することもできる。該水相は、任意の割合で循環使用することができるが、好ましくは50～90重量%の範囲で循環使用するものである。なお、該水相を50～90%循環使用する場合は残り分をライン9より供給される調整液で補うものである。一方、廃水の量は、特に限定されるものではないが、通常該貯槽10における該水相の10～50%をライン8より廃水として系外に抜き出されるものである。つまり、上記のように循環使用することによって、廃水の量を減少させることができる。特に本発明に係る組成の捕集液と本発明のプロセスと組み合わせることによって、特に難水性の溶剤の回収塔を用いる必要がなく十分な捕集液として再使用することができるものである。

【0018】次に捕集によって得られたアクリル酸水溶液を共沸分離塔に導き、共沸分離塔102の塔底から抜き出したアクリル酸はライン7を経てエステル化工程に送り、そのままアクリル酸エステルの製造原料として用いることができる。

【0019】なお、本発明に係る該難水溶性の溶剤と

は、常温における水への溶解度が0.5重量%以下のもの、好ましくは、0.2重量%以下のものであり、具体的には、炭素数（単に「C」略すこともある）7～8の脂肪族炭化水素、C7～8の芳香族炭化水素およびC2～6のハロゲン化炭化水素よりなる群から選ばれる少なくとも1種の溶剤である。更に詳しくは、C7～8の脂肪族炭化水素としては、ヘプタン、ヘプテン、シクロヘプタン、シクロヘプテン、シクロヘプタジエン、シクロヘプタトリエン、メチルシクロヘキサン、エチルシクロペンタン、ジメチルシクロヘキサン、エチルシクロヘキサン等が挙げられる。C7～8の芳香族炭化水素としては、トルエン、エチルベンゼン、キシレン等が挙げられる。C2～C6のハロゲン化炭化水素としては、テトラクロロエチレン、トリクロロプロペン、ジクロロブタン、クロロペンタン、クロロヘキサン、クロロベンゼン等が挙げられる。該難水溶性の溶剤は、好ましくはヘプタン、ジメチルシクロヘキサン、エチルシクロヘキサン、トルエン、エチルベンゼン、キシレンよりなる群から選ばれる少なくとも1種の溶剤であり、より好ましくはヘプタン、トルエン、エチルベンゼンよりなる群から選ばれる少なくとも1種である。

#### 【0020】

【発明の効果】アクリル酸捕集工程において酢酸、アクリル酸および共沸溶剤を含む水溶液を吸収水として用いると、水、または、酢酸のみを含む水溶液を吸収液として使う場合よりアクリル酸の捕集効率が高くなる。また、共沸分離塔において水および酢酸の除去を同時に行い、除去水は直接、反応ガス吸収液として用いるので、溶剤回収工程および酢酸分離工程が不用であり、一工程で粗製のアクリル酸が得られる。該共沸分離塔の塔底において共沸溶剤を完全に除去することが出来、製品アクリル酸への溶剤の混入が全く無い。更に共沸分離塔に留出水相中の軽沸不純物を循環させない為、共沸分離塔の重合性を低減することが出来る。

#### 【0021】

##### 【実施例】

（実施例1）プロピレンを酸化触媒の存在下に分子状酸素含有ガスにより接触気相酸化してアクリル酸0.680kg/時、酢酸0.014kg/時、水0.450kg/時を含む混合ガスを得た。塔内にカスケードミニリング（内径14mm）を高さ6000mmで充填し、塔頂部にガス放出管、塔下部に原料供給管、塔底部に塔底液抜き出し管を備えたガス捕集塔を用い、吸収水としてアクリル酸4.8重量%、酢酸8.0重量%、オクテン0.01重量%を含む捕集液を用いて、この混合ガスの捕集運転を行なった。

【0022】定常運転時において塔底より0.674kg/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.006kg/時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0023】（比較例1）実施例1において吸収水とし

て酢酸8.0重量%を含み、アクリル酸およびオクテンを全く含まない捕集液を用いた以外は実施例1と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。

【0024】定常運転時において塔底より0.660kg/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.020kg/時のアクリル酸を含むガスが放出され、放出ガス中のアクリル酸は実施例1より1桁高い値であった。

【0025】（比較例2）実施例1において吸収水としてアクリル酸4.8重量%を含み、酢酸およびオクテンを全く含まない捕集液を用いた以外は実施例1と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。

【0026】定常運転時において塔底より0.657kg/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.023kg/時のアクリル酸を含むガスが放出され、放出ガス中のアクリル酸は実施例1より1桁高い値であった。

【0027】（実施例2）実施例1より得られた塔底液を共沸分離塔に導く。該共沸分離塔は、段数60段、段間隔147mmのシーブトレイを備え、塔頂部に留出管、中央部に原料供給管、塔底部に塔底液抜き出し管を備えたものである。分離手順は共沸溶剤としてオクテンを用いて、塔頂圧力を140mmHg、還流比（単位時間当りの還流液の全モル数/単位時間当りの留出液の全モル数）を0.42、原料供給量を8.12リットル/時にして、実施例1で得たアクリル酸水溶液の共沸分離運転を行なった。

【0028】該分離塔の塔頂から得られるものは貯槽に導き、有機相と水相に分離した。定常運転時における留出混合物から分離した水相はアクリル酸4.8重量%、酢酸8.0重量%、オクテン0.01重量%を含み、実施例1に記載したアクリル酸捕集塔の吸収水として循環使用した。一方塔底より抜き出される液はアクリル酸97.0重量%、酢酸0.07重量%、水0.02重量%、その他2.91重量%を含み、オクテンは検出限界（1ppm）以下であった。

【0029】アクリル酸捕集塔において、該水相の液を循環使用してアクリル酸を捕集したの結果、定常運転時において塔底より0.674kg/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.006kg/時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0030】（実施例3）実施例1において吸収水としてアクリル酸4.2重量%、酢酸8.2重量%、エチルベンゼン0.1重量%を含む捕集液を用いた以外は実施例1と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。

【0031】定常運転時において塔底より0.675kg/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.005kg/時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0032】（実施例4）実施例2において共沸溶剤としてエチルベンゼンを用い、還流比を0.46にした以

外は実施例 2 と同様にして共沸分離運転を行ない、さらにはアクリル酸捕集塔においてアクリル酸捕集も実施例 2 と同様に行った。

【0033】なお、貯槽において、定常運転時における留出混合物から分離した水相はアクリル酸 4. 2 重量%、酢酸 8. 2 重量%、エチルベンゼン 0. 1 重量%を含み、実施例 3 に記載したアクリル酸捕集塔の吸収水として循環使用した。一方塔底より抜き出される液はアクリル酸 9 7. 2 重量%、酢酸 0. 0 6 重量%、水 0. 0 2 重量%、その他 2. 7 2 重量%を含み、エチルベンゼンは検出限界 (1 p p m) 以下であった。

【0034】また、アクリル酸捕集塔において、該水相の液を循環使用してアクリル酸を捕集した結果、定常運転時において塔底より 0. 6 7 5 k g / 時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より 0. 0 0 5 k g / 時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0035】(実施例 5) 実施例 1 において吸収水としてアクリル酸 3. 2 重量%、酢酸 7. 9 重量%、トルエン 0. 1 重量%を含む捕集液を用いた以外は実施例 1 と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。

【0036】定常運転時において塔底より 0. 6 7 3 k g / 時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より 0. 0 0 7 k g / 時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0037】(実施例 6) 実施例 2 において共沸溶剤としてトルエンを用い、還流比を 1. 3 5 にした以外は実施例 2 と同様にして共沸分離運転を行ない、さらにはアクリル酸捕集塔においてアクリル酸捕集も実施例 2 と同様に行った。

【0038】なお、貯槽において、定常運転時における留出混合物から分離した水相はアクリル酸 3. 2 重量%、酢酸 7. 9 重量%、トルエン 0. 1 重量%を含み、実施例 5 に記載したアクリル酸捕集塔の吸収水として循環使用した。一方塔底より抜き出される液はアクリル酸 9 7. 5 重量%、酢酸 0. 0 3 重量%、水 0. 0 2 重量%、その他 2. 4 5 重量%を含み、トルエンは検出限界 (1 p p m) 以下であった。

【0039】また、アクリル酸捕集塔において、該水相の液を循環使用してアクリル酸を捕集した結果、定常運転時において塔底より 0. 6 7 3 k g / 時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より 0. 0 0 7 k g / 時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0040】(実施例 7) 実施例 1 において吸収水としてアクリル酸 1. 8 重量%、酢酸 7. 5 重量%、トルエン 0. 1 重量%を含む捕集液を用いた以外は実施例 1 と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。定常運転時において塔底より 0. 6 7 3 k g / 時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より 0. 0 0 8 k g / 時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0041】(実施例 8) 実施例 2 において共沸溶剤としてトルエンを用い、還流比を 1. 4 3 にした以外は実

施例 2 と同様にして共沸分離運転を行ない、さらにはアクリル酸捕集塔においてアクリル酸捕集も実施例 2 と同様に行った。

【0042】なお、貯槽において、定常運転時における留出混合物から分離した水相はアクリル酸 1. 8 重量%、酢酸 7. 5 重量%、トルエン 0. 1 重量%、ヘプタン 0. 0 1 重量%を含み、実施例 7 に記載したアクリル酸捕集塔の吸収水として循環使用した。一方塔底より抜き出される液はアクリル酸 9 7. 5 重量%、酢酸 0. 0 3 重量%、水 0. 0 2 重量%、その他 2. 3 5 重量%を含み、トルエンは検出限界 (1 p p m) 以下であった。

【0043】また、アクリル酸捕集塔において、該水相の液を循環使用してアクリル酸を捕集した結果、定常運転時において塔底より 0. 6 7 3 k g / 時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より 0. 0 0 7 k g / 時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0044】(実施例 9) 実施例 1 において吸収水としてアクリル酸 2. 9 重量%、酢酸 8. 2 重量%、エチルベンゼン 0. 1 重量%、ヘプタン 0. 0 1 重量%を含む捕集液を用いた以外は実施例 1 と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。

【0045】定常運転時において塔底より 0. 6 7 3 k g / 時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より 0. 0 0 7 k g / 時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0046】(実施例 10) 実施例 2 において共沸溶剤としてエチルベンゼンとヘプタンの混合溶剤 (混合重量比が 8 0 : 2 0) を用い、還流比を 0. 5 5 にした以外は実施例 2 と同様にして共沸分離運転を行ない、さらにはアクリル酸捕集塔においてアクリル酸捕集も実施例 2 と同様に行った。

【0047】なお、貯槽において、定常運転時における留出混合物から分離した水相はアクリル酸 2. 9 重量%、酢酸 8. 2 重量%、エチルベンゼン 0. 1 重量%、ヘプタン 0. 0 1 重量%を含み、実施例 9 に記載したアクリル酸捕集塔の吸収水として循環使用した。一方塔底より抜き出される液はアクリル酸 9 7. 2 重量%、酢酸 0. 0 6 重量%、水 0. 0 2 重量%、その他 2. 7 2 重量%を含み、エチルベンゼンおよびヘプタンは検出限界 (1 p p m) 以下であった。

【0048】また、アクリル酸捕集塔において、該水相の液を循環使用してアクリル酸を捕集した結果、定常運転時において塔底より 0. 6 7 4 k g / 時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より 0. 0 0 6 k g / 時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0049】(実施例 11) 実施例 1 において吸収水としてアクリル酸 1. 5 重量%、酢酸 7. 9 重量%、トルエン 0. 0 8 重量%、ヘプタン 0. 0 1 重量%を含む捕集液を用いた以外は実施例 1 と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。

【0050】定常運転時において塔底より 0. 6 7 2 k

10

20

30

40

50

g/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.008kg/時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0051】（実施例12）実施例2において共沸溶剤としてトルエンとヘプタンの混合溶剤（混合重量比80：20）を用い、還流比を1.41にした以外は実施例2と同様にして共沸分離運転を行ない、さらにはアクリル酸捕集塔においてアクリル酸捕集も実施例2と同様に行った。

【0052】なお、貯槽において、定常運転時における留出混合物から分離した水相はアクリル酸1.5重量%、酢酸7.9重量%、トルエン0.08重量%、ヘプタン0.01重量%を含み、実施例11に記載したアクリル酸捕集塔の吸収水として循環使用した。一方塔底より抜き出される液はアクリル酸97.5重量%、酢酸0.05重量%、水0.02重量%、その他2.43重量%を含み、トルエンおよびヘプタンは検出限界（1ppm）以下であった。

【0053】また、アクリル酸捕集塔において、該水相の液を循環使用してアクリル酸を捕集した結果、定常運転時において塔底より0.672kg/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.008kg/時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0054】（実施例13）実施例1において吸収水としてアクリル酸0.8重量%、酢酸7.5重量%、トルエン0.07重量%、ヘプタン0.01重量%を含む捕集液を用いた以外は実施例1と同様にして混合ガスの捕集運転を行なった。

【0055】定常運転時において塔底より0.671kg

g/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.009kg/時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【0056】（実施例14）実施例2において共沸溶剤としてトルエンとヘプタンの混合溶剤（混合重量比60：40）を用い、還流比を1.75にした以外は実施例2と同様にして共沸分離運転を行ない、さらにはアクリル酸捕集塔においてアクリル酸捕集も実施例2と同様に行った。

【0057】なお、貯槽において、定常運転時における留出混合物から分離した水相はアクリル酸0.8重量%、酢酸7.5重量%、トルエン0.07重量%、ヘプタン0.01重量%を含み、実施例13に記載したアクリル酸捕集塔の吸収水として循環使用した。一方塔底より抜き出される液はアクリル酸97.3重量%、酢酸0.06重量%、水0.02重量%、その他2.62重量%を含み、トルエンおよびヘプタンは検出限界（1ppm）以下であった。

【0058】また、アクリル酸捕集塔において、該水相の液を循環使用してアクリル酸を捕集した結果、定常運転時において塔底より0.672kg/時のアクリル酸を含む水溶液を得、塔頂より0.008kg/時のアクリル酸を含むガスを放出した。

【図面の簡単な説明】

図1は、本発明を実施するときのフローシートである。

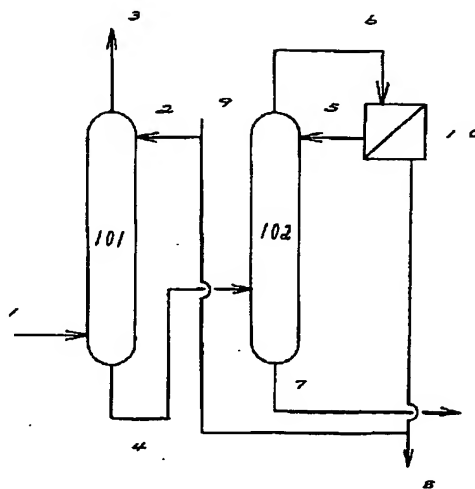
【符号の説明】

101：アクリル酸捕集塔

102：共沸分離塔

10：貯槽

【図1】



フロントページの続き

(72) 発明者 上岡 正敏

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 赤沢 陽治

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

